

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl<sup>6</sup>

C01F 11 / 18  
B01J 2 / 26  
B01J 19 / 28



## [12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 95105343.4

[45]授权公告日 1998年6月3日

[11]授权公告号 CN 1038578C

[22]申请日 95.5.26 [24] 颁证日 98.5.13

[21]申请号 95105343.4

[73]专利权人 北京化工大学

地址 100029北京市朝阳区北三环东路15号

[72]发明人 陈建峰 周洁美 王玉红 郑冲

[74]专利代理机构 北京化工学院专利代理事务所

代理人 何清

[56]参考文献

CN1023029 1993.12.8 E21B43/00

US3669620 1972.6.13 C01F11/18

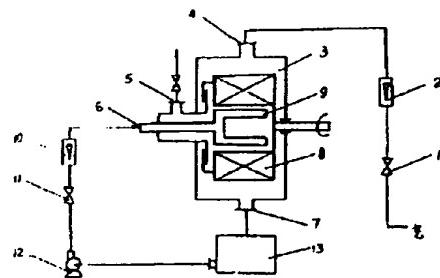
审查员 41 04

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 超细碳酸钙的制备方法

[57]摘要

本发明为一种超细碳酸钙的制备方法。本发明采用在旋转床超重力场条件下的碳化反应，碳化反应在床层的多孔填料层超重力场下进行，极大强化了反应的传质过程及微观混合过程，有效地克服了常重力场下颗粒不够超细化、粒度分布不均匀、反应时间长等缺点，使碳酸钙的平均粒径达到10—100nm，且分布均匀，大幅度地提高了生产效率及产品的品位。本发明的方法易于工业化。



## 权 利 要 求 书

1、一种超细碳酸钙的制备方法，包括碳化反应及产品的后处理工序，其特征是：碳化反应在旋转床超重力条件下进行，具体的步骤为：将含CO<sub>2</sub>的气体和含Ca(OH)<sub>2</sub>的石灰乳浊液分别由进气口和进液口通入旋转床超重力场装置，在旋转床的多孔填料层发生碳化反应，旋转床转子的转速为100—10000rpm，以标准态净CO<sub>2</sub>计，气体的流量控制在0.1—10m<sup>3</sup>/h·KgCaO；反应后的乳浊液经旋转床排料口排出，直接进入包括分离、过滤、干燥的后处理工序。

2、根据权利要求1所述的方法，其特征是：旋转床转子的转速为200—2000rpm，以标准态净CO<sub>2</sub>计，气体的流量控制在0.2—4.8 m<sup>3</sup>/h·KgCaO，反应温度控制在10—90℃。

3、根据权利要求1或2的方法，其特征是：从排料口排出的乳浊液，循环返回旋转床继续反应，直至乳浊液的pH=7—8，乳浊液进入产品的后处理工序。

## 说 明 书

### 超细碳酸钙的制备方法

本发明涉及在旋转床超重力条件下制备超细碳酸钙的方法。

碳酸钙在涂料、油墨、医药、橡胶、塑料、造纸、微电子、汽车等许多行业中有广泛的应用。近年来，随着碳酸钙的超细化、结构复杂化及表面技术的发展，使得超细碳酸钙的应用价值大幅度地提高。

目前，国际上制备超细碳酸钙的普遍方法是常重力场碳化法，通常采用地球重力场下搅拌釜或鼓泡塔作为碳化反应器，将CO<sub>2</sub>通入到盛有Ca(OH)<sub>2</sub>乳浊液的碳化釜或塔中进行碳化反应，一般通过加入晶形控制剂等添加剂完成超细碳酸钙的制备。由于在搅拌釜或鼓泡塔中气液固相间的传质速率较慢，微观混合差，因而所制得的颗粒产品存在如下缺点：1、粒径一般在0.1μm—几个μm（参见中国专利93108625.6，日本专利93.228.730和93.221.634）；2、碳化时间长，常需几个小时，生产效率低，能耗大（参见中国专利93108625.6，华东化工学院学报卷19期5页550—556）；3、粒度分布不够均匀。阻碍了碳酸钙产品品位和质量的提高及工业化应用。另外搅拌釜或鼓泡塔所占空间也较大。

本发明的目的：在超重力场下强化碳化过程的微观混合和微观传质过程，在不加添加剂的情况下，即可达到使碳酸钙颗粒超微化、粒度分布均匀、缩短碳化时间的目的。

发明要点：本发明的超细碳酸钙制备方法，包括碳化反应及产品的后处理工序，碳化反应在旋转床超重力条件下进行，具体的步骤为：将含CO<sub>2</sub>的气体与含Ca(OH)<sub>2</sub>的石灰乳浊液分别由进气口和进液口通入旋转床超重力场装置，在旋转床的多孔填料层中发

生碳化反应，反应后的乳浊液由旋转床排料口排出。其中，旋转床转子的转速为100—10000rpm，气体的流量以标准态的净CO<sub>2</sub>计控制在0.1—10m<sup>3</sup>/h·KgCaO。

上述含CO<sub>2</sub>的气体可以是工业纯的CO<sub>2</sub>或是CO<sub>2</sub>含量>10%的混合气体。

本发明的方法对碳化反应的温度没有特殊要求，但以10—90℃为好。

旋转床转子的转速最好是200—2000rpm。

气体的流量以标准态的净CO<sub>2</sub>计最好控制在0.2—4.8m<sup>3</sup>/h·KgCaO。

从排料口排出的乳浊液，经循环贮槽返回到旋转床，继续反应，经5—30min(分钟)，乳浊液的pH值变为7—8，表明碳化完全，产品进入过滤、干燥等后处理工序，得到超细碳酸钙。此为本发明半分批式制备工艺。

从排料口排出的乳浊液，也可以直接进入分离、过滤、干燥等后处理工序，得到超细碳酸钙。此为本发明连续式制备工艺。

在碳化反应过程中，添加分散剂、晶形控制剂，可使颗粒进一步细化，窄化粒径分布，并控制CaCO<sub>3</sub>晶体的形状。

经本发明的方法制得的超细碳酸钙，平均粒径可控制在10—100nm；粒径分布均匀，碳化时间比常重力场的方法缩短5—30倍，大大提高了生产效率及产品的品位，同时缩小了反应器所占的空间。

下面结合附图和实施例对本发明的方法做进一步说明。

图1，本发明半分批式工艺流程图。

图2，本发明连续式工艺流程图。

实施例1：

采用本发明半分批式工艺流程(图1)。称2.2KgCaO，用20l水消化，形成石灰乳浊液，经过滤除去杂质，置于循环贮槽13，加热至40℃，通过泵12，乳浊液从旋转床进液口6，经分布器9，进入多孔

填料层8；CO<sub>2</sub>气从钢瓶气源经减压后，以3m<sup>3</sup>/h的流量从进气口4连续通入旋转床，CO<sub>2</sub>与含Ca(OH)<sub>2</sub>的乳浊液在床层的多孔填料层8中，高度湍流的情况下发生碳化反应，生成碳酸钙超细颗粒。控制旋转床转子转速为720rpm，反应后的乳浊液由旋转床排料口7，进入循环贮槽13，不断地通过泵循环与CO<sub>2</sub>在旋转床内发生反应，经18min，乳浊液的pH值变为7—8，碳化完全，经过滤、干燥后，取样作X透射电镜分析，得到的超细CaCO<sub>3</sub>平均粒径约为50nm。

#### 实施例2：

除下述变化外，其余同实施例1。

通冷却水，控制反应温度在20—30℃之间，旋转床转子转速为900rpm，CO<sub>2</sub>起始流量为5m<sup>3</sup>/h。反应一段时间后，在旋转床气体出口处有CO<sub>2</sub>气体冒出时，控制CO<sub>2</sub>流量为1m<sup>3</sup>/h。经15min碳化完全，得到的CaCO<sub>3</sub>平均粒径约为40nm。

#### 实施例3：

除下述变化外，其余同实施例1。

旋转床转子转速为1400rpm，CO<sub>2</sub>气体的流量为5m<sup>3</sup>/h，经10min碳化完全，得到的碳酸钙平均粒径为30nm。

#### 实施例4：

除下述变化外，其余同实施例1。

CO<sub>2</sub>气源采用含40%CO<sub>2</sub>的空气混合气体，由CO<sub>2</sub>钢瓶气与经压缩机后的空气混配而成，控制混合气体流量为7.5m<sup>3</sup>/h。

#### 实施例5：

除下述变化外，其余同实施例1。

采用本发明连续式工艺流量(图2)。称0.2KgCaO。保持CO<sub>2</sub>气体以5m<sup>3</sup>/h连续通入旋转床，旋转床转子的转速为1800rpm，反应后的乳浊液从排料口7排出，经分离、过滤、干燥，得到的CaCO<sub>3</sub>的平均粒径约为30nm。

说 明 书 附 图

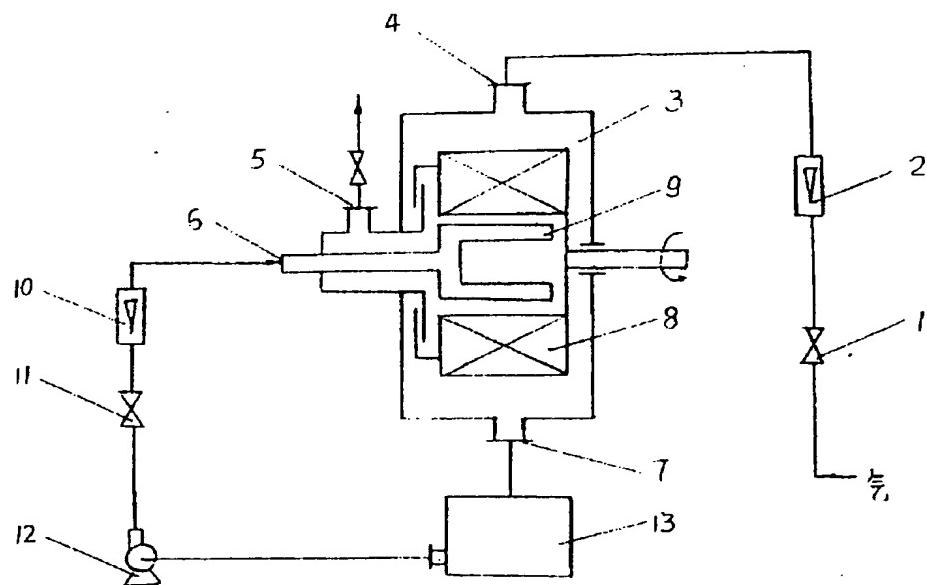


图 1

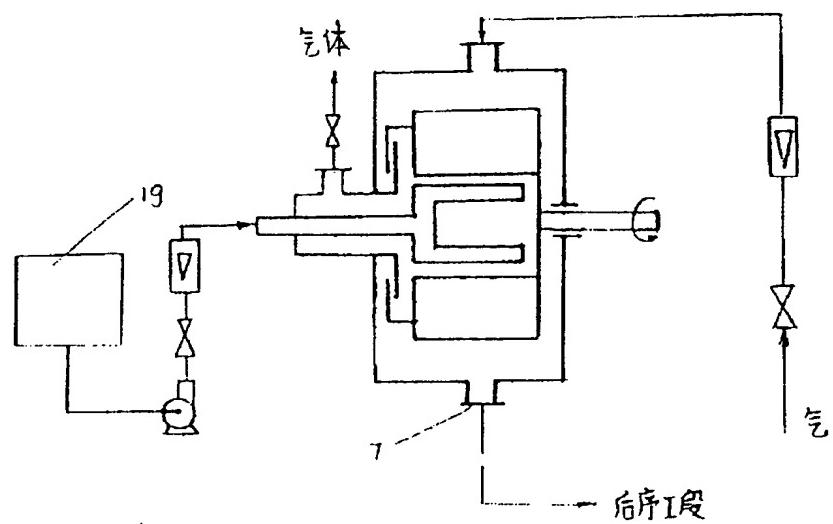


图 2